



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 0 月 2 9 日
Date of Application:

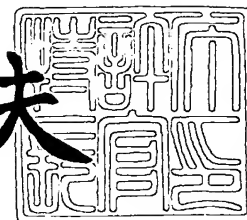
出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 3 1 4 6 5 3
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 3 1 4 6 5 3]

出 願 人 京セラミタ株式会社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 0 月 2 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫





【書類名】 特許願

【整理番号】 03-00205

【提出日】 平成14年10月29日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G03G 9/08

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区玉造 1 丁目 2 番 2 8 号 京セラミタ株式会社内

 【氏名】 谷田 啓一

【特許出願人】

 【識別番号】 000006150

 【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区玉造 1 丁目 2 番 2 8 号

 【氏名又は名称】 京セラミタ株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100075155

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 亀井 弘勝

【選任した代理人】

 【識別番号】 100087701

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 稲岡 耕作

【選任した代理人】

 【識別番号】 100101328

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 川崎 実夫

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 010799

 【納付金額】 21,000円



【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0003152

【プルーフの要否】 要



【書類名】 明細書

【発明の名称】 ブラックトナー

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

定着ローラにオイルを塗布しないオイルレス定着システムに用いるブラックトナーであって、

バインダ樹脂と、カーボンブラックと、ワックスとを含み、

上記バインダ樹脂の温度上昇に伴う貯蔵弾性率 G' の低下率が、 $160 \sim 200^\circ\text{C}$ の範囲で $0.3 \text{ Pa}/^\circ\text{C}$ 以内であり、かつ

上記カーボンブラックの吸油量が $50 \sim 100 \text{ mL}/100 \text{ g}$ であるブラックトナー。

【請求項 2】

上記バインダ樹脂の重量平均分子量 $[M_w]$ が $10,000 \sim 200,000$ であり、かつバインダ樹脂の $[M_w]$ と数平均分子量 $[M_n]$ との比 $[M_w]/[M_n]$ が $1 \sim 15$ である請求項 1 記載のブラックトナー。

【請求項 3】

上記バインダ樹脂の貯蔵弾性率 G' の変化率が $70 \sim 100^\circ\text{C}$ の範囲にピークを有する請求項 1 または 2 記載のブラックトナー。

【請求項 4】

上記ワックスの含有量が、上記バインダ樹脂 100 重量部に対して 10 重量部以下である請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載のブラックトナー。

【請求項 5】

上記バインダ樹脂がポリエステルであり、かつ上記ワックスがフィッシュートロプシュワックスである請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載のブラックトナー。

【請求項 6】

カラー画像形成用のトナーである請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載のブラックトナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電子写真法、静電記録法、静電印刷法等の現像プロセスに用いられるブラックトナーに関し、より詳しくは、オイルレス定着システムでの使用に適したブラックトナーに関する。

【0 0 0 2】**【従来技術】**

電子写真法、静電記録法、静電印刷法等を用いた複写機、レーザープリンタ等の画像形成装置においては、静電潜像を可視像に変えるための現像剤としてトナーが用いられている。現像により得られたトナー像を紙等の被転写体上に定着する工程では、定着ローラ（熱ローラ）でトナー像と被転写体の表面を加熱または加圧する方法が採用されている。

【0 0 0 3】

ここで、上記定着ローラは、溶融した状態のトナー像と接触することから、トナー像の一部が定着ローラの表面に付着、転移して、さらに別の被転写体に再転移する、いわゆるホットオフセット現象を生じ易い。このホットオフセット現象は形成画像の汚染につながることから、定着ローラとトナーとの離型性を向上させるべく、定着ローラの表面にオイルを塗布して定着工程を行うのが一般的である。

【0 0 0 4】

ところで、近年、カラーコピーのように、複数色のトナー画像を1の被転写体上に転写、定着させてカラー画像を形成する技術が広く普及しつつある。しかしながら、とりわけカラートナーによるカラー画像は、定着ローラの表面に塗布されたオイルがトナー上に付着することに起因して生じる、画像表面の光沢（いわゆる、テカリ）が表れやすく、それゆえ、満足のいく画像品質が得られにくいという問題がある。さらに、近年、形成画像に加筆性を持たせることの要求も高まっているのに対し、トナー上にオイルが付着することによって、加筆性が損なわれるという問題もある。

【0 0 0 5】

そこで、定着ローラにオイルを塗布しない、いわゆるオイルレス定着システム

の採用が求められているが、この場合、ホットオフセット現象を防止するために、定着ローラとトナーとの剥離を生じ易くする必要がある。

定着ローラに対するトナーの剥離性能を向上させる手段としては、従来、トナー粒子中にワックスを高い濃度で配合する方法が採用されている（特許文献 1 および 2 参照）。

しかしながら、この方法では、ワックスがトナーから脱離してキャリアに付着するという現象が生じ易く、画像劣化の原因となる。

【0 0 0 6】

【特許文献 1】

特開 2 0 0 1 - 2 9 6 6 9 2 号公報（段落〔0 0 4 3〕～〔0 0 4 4〕）

【特許文献 2】

特開 2 0 0 1 - 2 9 6 6 9 3 号公報（段落〔0 0 4 4〕～〔0 0 4 5〕）

【0 0 0 7】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、ワックスの配合量を抑制しつつ、定着ローラに対するトナーの剥離性能を向上させることが求められている。

本発明の目的は、オイルレス定着システムでの使用に適し、とりわけカラー画像の形成に適したブラックトナーを提供することである。

【0 0 0 8】

【課題を解決するための手段および発明の効果】

本発明者らは、上記課題を解決するために研究を重ねていくなかで、ブラックトナーの高温時における粘弾性特性に着目して鋭意研究を重ねた。その結果、画像形成装置の一般的な定着温度に相当する 1 6 0 ～ 2 0 0 ℃ の範囲（高温領域）において、ブラックトナーを形成するバインダ樹脂についての貯蔵弾性率 G' の低下率（温度の上昇につれて貯蔵弾性率 G' が低下する程度）が所定の値よりも小さくなるように（温度が上昇しても、貯蔵弾性率 G' の低下の度合いが所定の値よりも小さくなるように）設定し、さらに着色剤として用いるカーボンブラックの吸油量を所定の範囲に設定したときは、当該ブラックトナーの定着ローラに対する剥離性能（離型性）を高めることができ、バインダ樹脂中にワックスを多

量に添加しなくても離型性に優れたブラックトナーを得ることができるという全く新たな事実を見出し、本発明を完成するに至った。

【0 0 0 9】

すなわち、本発明のブラックトナーは、定着ローラにオイルを塗布しないオイルレス定着システムに用いるブラックトナーであって、

バインダ樹脂と、カーボンブラックと、ワックスとを含み、

上記バインダ樹脂の温度上昇に伴う貯蔵弾性率 G' の低下率が、 $160 \sim 200^\circ\text{C}$ の範囲で $0.3 \text{ Pa}/^\circ\text{C}$ 以内であり、かつ

上記カーボンブラックの吸油量が $50 \sim 100 \text{ mL}/100 \text{ g}$ であることを特徴とする。

【0 0 1 0】

従来のトナーは高温領域でのバインダ樹脂の粘弾性特性について特別の考慮がなされておらず、それゆえ、一般に用いられるバインダ樹脂、とりわけカラートナーに用いられるバインダ樹脂では高温領域で貯蔵弾性率 G' が著しく低下し、すなわち高温領域でトナーの粘性が極端に低下して、いわゆるどろどろの状態になり易いという問題があった。

これに対し、本発明のブラックトナーでは、 $160 \sim 200^\circ\text{C}$ （いわゆる高温領域）でのバインダ樹脂の貯蔵弾性率 G' の低下率が $0.3 \text{ Pa}/^\circ\text{C}$ 以内に抑えられていること、すなわち $160 \sim 200^\circ\text{C}$ の範囲で温度が 1°C 上昇したときに貯蔵弾性率 G' が 0.3 Pa を超えて低下しないことから、優れた剥離性能を発揮させることができる。

【0 0 1 1】

さらに、本発明のブラックトナーでは、着色剤としてのカーボンブラックの吸油量が $50 \sim 100 \text{ mL}/100 \text{ g}$ の範囲に設定されていることから、バインダ樹脂の低分子量体またはワックスと、カーボンブラックとの相溶性が向上して、トナー中でのカーボンブラックの分散性が優れたものとなる。特に、カラー画像形成用のトナーに用いられるバインダ樹脂は、当該樹脂のモノマー成分がいわゆるハードな（剛直な）成分であって、カーボンブラック等の顔料を分散させにくいという問題があるものの、カーボンブラックの吸油量が所定の範囲に設定され

ていることによって、分散性の問題を解決することができる。

【0012】

従って、本発明のブラクトナーは、定着ローラに対するトナーの剥離性能に優れており、とりわけオイルレス定着システムでの使用に好適で、さらに当該システムにおけるカラー画像の形成に好適である。

【0013】

本発明において貯蔵弾性率 G' とは、バインダ樹脂の剛性を示すパラメータである。貯蔵弾性率 G' は複素弾性率 G^* における実数部分であって、式：

$$G^* = G' + i G''$$

(式中、 G'' は損失弾性率を表し、 i は虚数 $(-1)^{1/2}$ を表す。)

で表される。なお、複素弾性率 G^* は、粘弾性材料に正弦波振動による動的剪断応力を加えたときの最大応力 σ_0 と最大ひずみ ϵ_0 との比 (σ_0 / ϵ_0) により求められる。貯蔵弾性率 G' と損失弾性率 G'' との関係は次式のとおりである。

$$\tan \delta = G'' / G'$$

(式中、 δ は損失角であって、ひずみとせん断応力との間の位相角を示す。)

【0014】

本発明において、貯蔵弾性率 G' 等の測定条件は次のとおりである。試験周波数 10 Hz、試験温度 23 °C、試験振幅 25 μ m、試料の圧縮率(厚み方向) 12 %、チャック間距離 24 mm、測定試料の大きさ 8 mm × 8 mm。貯蔵弾性率 G' 等の測定にはレオロジー社製の粘弾性スペクトロメータ(型番「DVE-V4」)を使用した。

【0015】

本発明において、カーボンブラックの吸油量とは、JIS K 6217「ゴム用カーボンブラックの基本性能の試験方法」の「9. DBP吸収量 9.2 A法」の記載に準拠して測定した、カーボンブラック 100 g 当たりのフタル酸ジブチル(DBP)の吸収量(mL)を示す。

【0016】

本発明のブラクトナーを形成するバインダ樹脂について、その高温領域での貯蔵弾性率 G' の低下率を上記範囲に設定するには、一般に、バインダ樹脂の分

子量を大きくすればよい。しかしながら、バインダ樹脂の分子量を大きくすることによって、形成画像の光沢が極端に損なわれるおそれもある。

形成画像のいわゆるテカリを適度に抑え、かつ十分な加筆性を持たせつつ、カラー画像における十分な光沢を維持するには、バインダ樹脂の分子量を大きくして、その高温領域での貯蔵弾性率 G' の低下率を所定の範囲に設定することに加えて、さらにバインダ樹脂の分子量分布をシャープにするのが好ましい。

【0017】

具体的に、本発明のカラートナーにおいては、バインダ樹脂の重量平均分子量 $[M_w]$ が 10,000～200,000 となるように、かつバインダ樹脂の重量平均分子量 $[M_w]$ と数平均分子量 $[M_n]$ との比 $[M_w] / [M_n]$ が 1～15 となるように設定するのが好ましい。

バインダ樹脂の重量平均分子量 $[M_w]$ を上記の範囲に設定しつつ、数平均分子量 $[M_n]$ との比 $[M_w] / [M_n]$ が上記範囲を満足するように設定することによって、形成画像のいわゆるテカリを適度に抑えつつ、カラー画像における十分な光沢を維持し、さらには形成画像の加筆性を十分なものとすることができる。

【0018】

さらに、本発明のブラックトナーにおいては、トナーの耐熱性と保存安定性とをより一層良好なものにするという観点から、バインダ樹脂の貯蔵弾性率 G' の変化率が 70～100℃の範囲にピークを有するものとするのが好ましい。

従来のトナーに用いられるバインダ樹脂では、その貯蔵弾性率 G' が比較的低い温度において急激に減少する（変化率がピークを示す）傾向がある。しかしながら、貯蔵弾性率 G' の変化のピークを 70～100℃という比較的高い温度になるまで現れないように、すなわち 70～100℃という比較的高い温度になるまで貯蔵弾性率 G' が急激な変化を示さないようにすることで、トナーの耐熱性と保存安定性とを向上させることができる。

【0019】

本発明のブラックトナーによれば、バインダ樹脂の高温領域での粘弾性特性が所定の範囲に設定されていることによって、定着ローラに対するトナーの剥離性

能が優れている。従って、トナーから脱離してキャリアに付着するといった問題が生じるのを十分に防止する上でワックスの含有量は少ないのが好ましく、具体的には、バインダ樹脂 1 0 0 重量部に対して 1 0 重量部以下に設定するのが好ましい。

本発明のブラックトナーにおいては、バインダ樹脂がポリエステルであり、ワックスがフィッシュートロプシュワックスであるのが好ましい。バインダ樹脂とワックスとを上記の組み合わせからなるものとすることによって、トナーの定着特性、帯電特性および耐久性を良好なものとすることができる。

【0 0 2 0】

本発明のブラックトナーは、オイルレス定着システムでの使用に適するだけでなく、特にカラー画像形成用のトナーとして、すなわちシアン、マゼンダ、イエロー等の一般的なカラートナーと組み合わせて用いるブラックトナーとして好適である。

【0 0 2 1】

【発明の実施の形態】

次に、本発明のブラックトナーについて詳細に説明する。

〔バインダ樹脂〕

本発明のブラックトナーに用いられるバインダ樹脂は、定着性を良好なものとする上で熱可塑性樹脂であるのが好ましいが、ソックスレー抽出器を用いて測定される架橋部分量（ゲル量）が 1 0 重量％以下、好ましくは 0. 1 ～ 1 0 重量％の範囲にあるものであれば、熱硬化性樹脂であってもよい。バインダ樹脂として一部架橋構造を備えるものを用いることによって、定着性を低下させることなく、トナーの保存安定性や形態保持性、あるいは耐久性をより一層向上させることができる。従って、バインダ樹脂として熱可塑性樹脂のみを用いる必要はなく、架橋剤を添加したり、熱硬化性樹脂を一部混合したりしてもよい。

【0 0 2 2】

上記熱可塑性樹脂としては、例えばスチレンーアクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリアミド樹脂等が挙げられる。一方、熱硬化性樹脂としては、例えばエポキシ樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂等が挙げられる。

本発明に用いられるバインダ樹脂には、上記例示の樹脂のなかでも特に、スチレン-アクリル樹脂やポリエステル樹脂を用いるのが好ましい。

【0 0 2 3】

本発明に用いられるバインダ樹脂は、前述のように、温度上昇に伴う貯蔵弾性率 G' の低下率が、 $160 \sim 200^\circ\text{C}$ の範囲（いわゆる高温領域）で $0.3 \text{ Pa}/^\circ\text{C}$ 以内であること、すなわち $160 \sim 200^\circ\text{C}$ の範囲で温度が 1°C 上昇したときに貯蔵弾性率 G' が 0.3 Pa を超えて低下しないこと、が求められている。

上記温度範囲におけるバインダ樹脂の貯蔵弾性率 G' の低下率は、上記範囲の中でも特に $0.2 \text{ Pa}/^\circ\text{C}$ 以内に抑えられているのが好ましい。

【0 0 2 4】

バインダ樹脂の高温領域での貯蔵弾性率 G' の低下率を低く抑えるには、前述のように、バインダ樹脂の分子量を大きくするほかにも、バインダ樹脂を形成するモノマーについて、 $\text{C}-\text{C}$ 結合等の柔軟な部位を極力少なくし、芳香環等の剛性部位を極力多くするといった手段を採ることができる。

但し、この場合には、バインダ樹脂の高温領域での強度を高くすることができものの、加工の際に混練しにくくなったり、粉碎しにくくなったりするおそれがある。そこで、例えば造粒後の粉碎工程は粗粉碎と微粉碎との2重にするなどの処置を要する。

【0 0 2 5】

本発明に用いられるバインダ樹脂は、前述のように、トナーの耐熱性と保存安定性とをより一層良好なものにする上で、貯蔵弾性率 G' の変化率のピークが $70 \sim 100^\circ\text{C}$ の範囲に、好ましくは $70 \sim 85^\circ\text{C}$ の範囲に現れるように設定するのが好ましい。

貯蔵弾性率 G' の変化率のピークが $70 \sim 100^\circ\text{C}$ といった、比較的高い温度に現れるようにするには、貯蔵弾性率 G' の低下率を調整する場合と同様に、バインダ樹脂の分子量を大きくしたり、バインダ樹脂を形成するモノマーについて、 $\text{C}-\text{C}$ 結合等の柔軟な部位を極力少なくして、芳香環等の剛性部位を極力多くしたりすればよい。

【0 0 2 6】

本発明に用いられるバインダ樹脂は、前述のように、形成画像のいわゆるテカリを適度に抑え、かつ十分な加筆性を持たせる上で、その重量平均分子量〔Mw〕を10,000～200,000の範囲に、重量平均分子量〔Mw〕と数平均分子量〔Mn〕との比〔Mw〕／〔Mn〕を1～15の範囲に、それぞれ設定するのが好ましい。

バインダ樹脂の〔Mw〕は、上記範囲の中でも特に20,000～150,000であるのが好ましく、50,000～100,000であるのがより好ましい。

また、比〔Mw〕／〔Mn〕は、上記範囲の中でも特に1～12であるのが好ましく、3～12であるのがより好ましい。

【0027】

〔カーボンブラック〕

本発明に用いられるカーボンブラックは、その吸油量以外について特に限定されるものではなく、トナー用として従来公知の種々のカーボンブラックが使用可能である。

カーボンブラックの吸油量は、前述のように、50～100 mL／100 gの範囲で設定される。吸油量が上記範囲を下回ると、カーボンブラックと、バインダ樹脂の低分子量成分またはワックスとの相溶性が低下して、カーボンブラックの分散不良を生じる。逆に、上記範囲を超えると、カーボンブラックと、バインダ樹脂の低分子量成分またはワックスとの相互作用が極めて強くなり、その結果、カーボンブラックとバインダ樹脂の高分子成分との分離が生じて、カーボンブラックの分散不良を生じる。

カーボンブラックの吸油量は、上記範囲の中でも特に、55～90 mL／100 gであるのが好ましく、60～80 mL／100 gであるのがより好ましい。

【0028】

〔ワックス〕

本発明に用いられるワックスは、トナー用として従来公知の種々のワックスがいずれも使用可能である。

かかるワックスの具体例としては、例えば脂肪族系炭化水素、脂肪族金属塩類

、高級脂肪酸類、脂肪酸エステル類もしくはその部分ケン化物、シリコンオイル、各種天然ワックス類、石炭を原料とするワックス類等が挙げられる。ワックスの重量平均分子量は、1,000～10,000程度であるのがより好ましい。

【0029】

上記例示のワックスなかでも、特に、石炭を原料としてフィッシャートロプシュ法により製造される、いわゆるフィッシャートロプシュワックス〔例えば、シューマンサソール社（南アフリカ共和国）製の登録商標「パラフrint」〕は、ポリエステル樹脂等と組み合わせて使用することによってトナーの定着特性、帯電特性、耐久性等を向上させることができることから、本発明において好適に用いられる。

【0030】

ワックスの配合量は、ワックスの添加による離型効果とトナーからの脱離の防止とを考慮して、前述のように、バインダ樹脂100重量部に対して10重量部以下となるように設定される。ワックスの含有量は、上記範囲の中でも特に5重量部未満であるのが好ましく、4.5重量部以下であるのがより好ましい。

本発明においては、前述のように、バインダ樹脂の高温領域での粘弾性特性が所定の範囲に設定されており、定着ローラに対するトナーの剥離性能が本来的に優れていることから、ワックスの配合量を極めて少なく設定することができる。なお、ワックスの配合量が多くなるとトナーから脱離してキャリヤに付着するなどの問題を生じるおそれがあることから、ワックスの配合量は、上記範囲の中でも極力少なくするのが好ましい。

【0031】

〔その他の成分〕

着色剤やワックスとともにバインダ樹脂中に配合される他の成分としては、例えば電荷制御剤、各種安定剤等が挙げられる。

電荷制御剤としては、トナーの帯電極性に応じて正電荷制御用と負電荷制御用のいずれかが用いられる。これらの電荷制御剤は特に限定されるものではなく、トナー用として従来公知の種々の電荷制御剤が使用可能である。

【0 0 3 2】

電荷制御剤の配合量は特に限定されるものではないが、バインダ樹脂 1 0 0 重量部に対して 1 0 重量部以下、好ましくは 0. 1 ~ 1 0 重量部、より好ましくは 0. 5 ~ 5 重量部の範囲で設定される。

バインダ樹脂に着色剤、ワックス等を分散させて得られるトナー粒子に外添される他の成分としては、例えば表面処理剤が挙げられる。

キャリアや表面処理剤としては特に限定されるものではなく、従来公知の種々のものを使用することができる。

【0 0 3 3】**〔ブラックトナーの製造方法〕**

本発明のブラックトナーは、上記例示のバインダ樹脂に着色剤、ワックス等を分散させて粉体（トナー粒子）を作製し、必要に応じてシリカ、アルミナ、酸化チタン等の無機系微粒子を外添することによって得られる。

上記粉体（トナー粒子）は、バインダ樹脂に、着色剤、ワックス、その他の成分を配合し、乾式ブレンダー、ヘンシェルミキサー、ボールミル等によって均質に予備混合して得られた混合物を、バンバリミキサー、ロール、1 軸または 2 軸の混練押出機等の混練装置を用いて均一に熔融、混練した後、得られた混練物を冷却して粉碎し、さらに必要に応じて分級する、いわゆる粉碎法によって製造することができる。

【0 0 3 4】

トナー粒子の粒径は特に限定されるものではないが、通常、3 ~ 1 2 μ m の範囲で、好ましくは 5 ~ 1 0 μ m の範囲で設定される。形成画像の高画質化を目的とした小粒径のトナーの場合には、トナー粒子の粒径が 4 ~ 8 μ m 程度であるのが好ましい。

トナー粒子に対する表面処理剤の外添や、キャリアとの混合方法については特に限定されるものではなく、従来公知の方法で行なえばよい。

【0 0 3 5】**【実施例】****〔ブラックトナーの製造〕**

(実施例 1)

ポリエステル樹脂 (バインダ樹脂) 1 0 0 重量部、カーボンブラック 5 重量部、フィッシャートロプシュワックス 4 重量部および電荷制御剤 2 重量部の混合物を 2 軸押出機にて熔融混練した後、これを冷却し、粉碎、分級して、平均粒径 8 . 0 μ m の粉体を得た。

使用したポリエステル樹脂は、重量平均分子量 $[M_w]$ が 6 5 , 0 0 0、数平均分子量 $[M_n]$ が 7 , 1 5 0、両者の比 $[M_w] / [M_n]$ が 9 . 1、1 6 0 ~ 2 0 0 $^{\circ}$ C の範囲での温度上昇に伴う貯蔵弾性率 G' の低下率が 0 . 2 5 P a / $^{\circ}$ C、および貯蔵弾性率 G' の低下率がピークを示したときの温度が 7 1 $^{\circ}$ C であった。使用したカーボンブラックの吸油量は 1 0 0 g 当たり 7 4 m L であった。フィッシャートロプシュワックスには、シューマンサソール社製の「パラフrint (R)」のストレートタイプ C - 1 0 5 (凝固点 1 0 5 $^{\circ}$ C) を使用した。

【0 0 3 6】

次いで、上記粉体に酸化チタンを 2 重量%、シリカ (S i O₂) を 0 . 5 重量% の割合で外添し、攪拌混合によってこれらを上記粉体の表面に付着させてブラクトナーを得た。

こうして得られたブラクトナー 5 重量部とフェライトキャリア 9 5 重量部とを混合して二成分現像剤とした。

【0 0 3 7】

(実施例 2 ~ 7 および比較例 1)

異なるポリエステル樹脂を使用したほかは、実施例 1 と同様にして粉体、ブラクトナーおよび二成分現像剤の製造を行った。

使用したポリエステル樹脂の重量平均分子量 $[M_w]$ 、数平均分子量 $[M_n]$ 、比 $[M_w] / [M_n]$ 、貯蔵弾性率 G' の低下率 (1 6 0 ~ 2 0 0 $^{\circ}$ C) および貯蔵弾性率 G' の低下率ピーク時の温度 ($^{\circ}$ C) は、それぞれ表 1 に示すとおりである。

【0 0 3 8】

(実施例 8 ~ 9 および比較例 2 ~ 3)

異なるカーボンブラックを使用したほかは、実施例 1 と同様にして粉体、ブラ

ラクトナーおよび二成分現像剤の製造を行った。

使用したカーボンブラックの吸油量（1 0 0 m L / 1 0 0 g）は、表 2 に示すとおりである。

（比較例 4）

ワックスの配合量を 1 2 重量部としたほかは、実施例 1 と同様にして粉体、ラクトナーおよび二成分現像剤の製造を行った。

【 0 0 3 9 】

〔実機試験〕

上記実施例および比較例で得られた二成分現像剤を使用し、京セラミタ（株）製のページプリンタにて、直径 4 0 mm、線速 1 2 0 mm / 秒の定着用熱ローラによる画像形成試験を行うことによって、トナーの物性を評価した。

評価は、定着性とホットオフセット性との 2 項目について、形成画像を目視で観察することによって行った。評価方法および評価の基準は次のとおりである。

【 0 0 4 0 】

（定着性）

定着温度を 1 6 0 ℃に設定し、通常環境（2 0 ℃、6 5 % R H）にて電源 O F F の状態で 1 0 分間冷却した後、電源を O N にして、定着パターンソリッド画像を連続 5 枚印字することにより、測定用の画像を得た。次いで、形成画像の表面を、綿布で包んだ黄銅製分銅（1 k g）を用いて 1 0 往復擦った。この操作の前後における画像濃度をマクベス反射濃度計で測定し、その濃度の比率を定着率（%）とすることによって、トナーの定着性を評価した。

A：定着率が 9 5 % 以上と高く、極めて良好であった。

B：定着率が 9 0 % 以上、9 5 % 未満と多少低かったものの、実用上問題とはならない程度であった。

C：定着率が 9 0 % 未満と低く、実用上不十分であった。

【 0 0 4 1 】

（ホットオフセット性）

通常環境（2 0 ℃、6 5 % R H）にて定着温度を 2 3 0 ℃に設定し、オフセットパターン画像を連続 1 0 枚印字した。この画像を目視で観察することにより、

ホットオフセット性を評価した。

A：ホットオフセットの発生が観察されなかった。

B：ホットオフセットがある程度発生していたものの、実用上問題とはならない程度であった。

C：ホットオフセットの発生が顕著であって、実用上不適當であった。

【 0 0 4 2 】

以上の結果を表 1 ～ 3 に示す。

【 0 0 4 3 】

【表 1】

	実施例		比較例		実施例		実施例	
	1	2	1	3	4	5	6	7
【バインダ樹脂】								
重量平均分子量 [Mw]	65,000 A+	150,000 A	15,000 A-	15,000 A-	190,000 A-	220,000 B	12,000 A-	18,000 A-
数平均分子量 [Mn]	7,150	37,500	1,070	1,100	63,000	36,000	670	3,600
[Mw] / [Mn]	9.1 A+	4.0 A+	14.0 A-	13.6 A-	3.0 A+	6.1 A+	17.9 B	5.0 A+
貯蔵弾性率 G' の低下率 160~200℃ (Pa/℃)	0.25 A	0.15 A+	0.35 C	0.28 A	0.14 A+	0.11 A+	0.25 A	0.25 A
貯蔵弾性率 G' の低下率 ピーク時の温度 (℃)	71 A+	74 A+	71 A+	71 A+	71 A+	86 A	71 A+	62 B
【カーボンブラック】								
吸油量 (mL/100g)	74 A+	74 A+	74 A+	74 A+	74 A+	74 A+	74 A+	74 A+
【トナーの物性】								
定着率	A	A	A	A	A	B	B	A
オフセット性	A	A	C	A	A	A	A	B

【0044】

【表 2】

	実 施 例			比 較 例		
	1	8	9	2	3	
〔バインダ樹脂〕						
重量平均分子量 [Mw]	65,000 A+	65,000 A+	65,000 A+	65,000 A+	65,000 A+	
数平均分子量 [Mn]	7,150	7,150	7,150	7,150	7,150	
[Mw] / [Mn]	9.1 A+	9.1 A+	9.1 A+	9.1 A+	9.1 A+	
貯蔵弾性率 G' の低下率 160~200℃ (Pa/℃)	0.25 A	0.25 A	0.25 A	0.25 A	0.25 A	
貯蔵弾性率 G' の低下率 ピーク時の温度 (℃)	71 A+	71 A+	71 A+	71 A+	71 A+	
〔カーボンブラック〕						
吸油量 (mL/100g)	74 A+	53 A-	95 A-	49 C	110 C	
〔トナーの物性〕						
定着率	A	A	A	C	C	
オフセット性	A	A	A	A	A	

【0045】

【表 3】

	実施例 1	比較例 4
〔バインダ樹脂〕		
重量平均分子量 [Mw]	65,000 A+	65,000 A+
数平均分子量 [Mn]	7,150	7,150
[Mw] / [Mn]	9.1 A+	9.1 A+
貯蔵弾性率 G' の低下率 160~200℃ (Pa/℃)	0.25 A	0.25 A
貯蔵弾性率 G' の低下率 ピーク時の温度 (℃)	71 A+	71 A+
〔カーボンブラック〕		
吸油量 (mL/100g)	74 A+	74 A+
〔トナー用粉体の組成〕 単位: 重量部		
バインダ樹脂	100	100
カーボンブラック	5	5
ワックス	4	12
電荷制御剤	2	2
〔トナーの物性〕		
定着率	A	A
オフセット性	A	C

【0046】

表 1～3 において、ポリエステル樹脂の [Mw]、[Mn]、比 [Mw] / [Mn]、G' の低下率および G' の低下率ピーク時の温度、ならびにカーボンブラックの吸油量の欄に記載されている符号の意味は、次のとおりである。

A+：極めて良好

A：良好

A-：当該物性値の好適範囲を満足する。

B：当該物性値の好適範囲を満足しない。

C：不適

【0 0 4 7】

表 1～3 より明らかなように、バインダ樹脂の温度上昇に伴う貯蔵弾性率 G' の低下率と、カーボンブラックの吸油量とを所定の範囲に設定して、ブラックトナーを製造したときは（実施例 1～9）、いずれの場合も定着性と剥離性とを良好なものにできることが分かった。

また、実施例 1～4 と、実施例 5～7 との対比により、バインダ樹脂の重量平均分子量 $[M_w]$ 、数平均分子量 $[M_n]$ 、両者の比 $[M_w] / [M_n]$ 、または貯蔵弾性率 G' の低下率がピークを示したときの温度を所定の範囲に設定することで、定着性と剥離性とをより一層良好なものにできることがわかった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 オイルレス定着システムでの使用に適し、とりわけカラー画像の形成に適したブラックトナーを提供する。

【解決手段】 定着ローラにオイルを塗布しないオイルレス定着システムに使用するブラックトナーとして、温度上昇に伴う貯蔵弾性率 G' の低下率が $160 \sim 200^\circ\text{C}$ の範囲で $0.3 \text{ Pa}/^\circ\text{C}$ 以内であるバインダ樹脂と、カーボンプラックと、吸油量が $50 \sim 100 \text{ mL}/100 \text{ g}$ であるワックスとを含むものを用いる。上記バインダ樹脂として、好ましくは重量平均分子量 $[M_w]$ が $10,000 \sim 200,000$ で、数平均分子量 $[M_n]$ との比 $[M_w]/[M_n]$ が $1 \sim 15$ であるもの、または貯蔵弾性率 G' の変化率が $70 \sim 100^\circ\text{C}$ の範囲にピークを有するものを用いる。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 1 4 6 5 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 6 1 5 0]

1 . 変 更 年 月 日

2 0 0 0 年 1 月 3 1 日

[変 更 理 由]

名 称 変 更

住 所

大阪府大阪市中央区玉造 1 丁 目 2 番 2 8 号

氏 名

京セラミタ株式会社